

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 40 15 387 A 1

51 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
C 23 C 4/04  
C 23 C 14/34

21 Aktenzeichen: P 40 15 387.8  
22 Anmeldetag: 14. 5. 90  
43 Offenlegungstag: 21. 11. 91

DE 40 15 387 A 1

71 Anmelder:  
Leybold AG, 6450 Hanau, DE

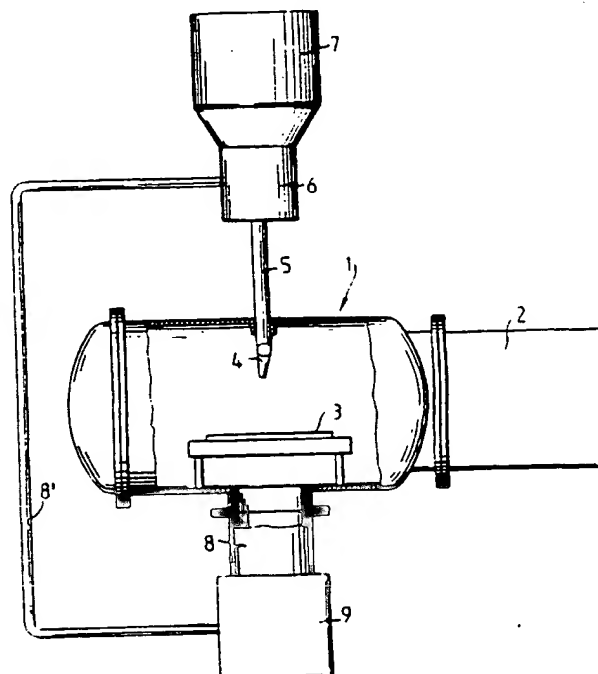
72 Erfinder:  
Johner, Gerhard, Dr., 6460 Gelnhausen, DE;  
Kociorski, Reinhold, 6466 Gründau, DE; Müller,  
Gerhard, 6000 Frankfurt, DE; Siegmund,  
Hans-Joachim, 6113 Babenhausen, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DD 2 77 471  
US 45 64 435

54 Niederdruckplasmaspritzverfahren zum Zwecke der Herstellung und der Reparatur von Sputtertargets

57 Niederdruckplasmaspritzverfahren zum Zwecke der Herstellung und der Reparatur von für die Kathodenzerstäubung geeignete Sputtertargets mit hoher Werkstoffdichte und -reinheit sowie niedrigem Sauerstoff-/Gasgehalt unter Verwendung einer Vakuumkammer (1) und einer in dieser angeordneten Plasmaspritzpistole (4) sowie einem zu beschichtenden Bauteil (3), wobei in einem ersten Verfahrensschritt in der Vakuumkammer (1) ein Hochvakuum erzeugt wird und in einem zweiten Verfahrensschritt der Targetwerkstoff in Gestalt von gasarmem Metallpulver mit Hilfe der Plasmaspritzpistole (4) auf das zu beschichtende Bauteil (3) gespritzt wird und während des Spritzvorgangs ein kontrollierter Druckanstieg bis auf ein Grobvakuum sowie eine weitere Reduktion des Sauerstoffgehaltes im Targetwerkstoff erfolgt.



Die Erfindung betrifft ein Niederdruckplasmaspritzverfahren zum Zwecke der Herstellung und der Reparatur von für die Kathodenzerstäubung geeigneten Sputertargets mit hoher Werkstoffdichte und -reinheit sowie niedrigem Sauerstoff-/Gasgehalt unter Verwendung einer Vakuumkammer, einer in dieser angeordneten Plasmaspritzpistole und einer Tragplatte oder eines Kathodenkörpers, wobei in einem ersten Verfahrensschritt in der Vakuumkammer ein Hochvakuum erzeugt wird und in einem zweiten Verfahrensschritt der Targetwerkstoff in Gestalt von gasarmem Metallpulver mit Hilfe der Plasmaspritzpistole auf die Tragplatte oder auf den Kathodenkörper gespritzt wird und während des Spritzvorgangs ein kontrollierter Druckanstieg bis auf ein Grobvakuum sowie eine weitere Reduktion des Sauerstoffgehaltes im Targetwerkstoff erfolgt.

Bekannt ist ein Verfahren zum Aufbilden von Targetmaterial (DE 33 18 828), bei dem eine aufgerauhte und mit einem Haftvermittler versehene Fläche von einem Kathodenkörper unter Mitwirkung eines thermischen Spritzverfahrens beschichtet wird. Bekannt ist auch ein Verfahren (US-PS 43 41 816), bei dem Targetmaterial in Form einer Platte oder Scheibe auf ein Substrat dadurch aufgebracht wird, daß ein Haftvermittler mittels eines Plasmaspritzverfahrens auf die Targetplatte aufgebracht wird und daß die Haftvermittlerschicht mittels eines Plasmaspritzverfahrens mit einer Lötmitelschicht beschichtet wird und daß dann die so aufbrachte lötbare Schicht der Targetplatte auf die Oberfläche des Substrats aufgelötet wird.

Ferner ist ein Niederdruckplasmaspritzen bekannt (H. Simon/M. Thoma, "Angewandte Oberflächentechnik für metallische Werkstoffe", Hauser Verlag, 1985, Seiten 206 bis 208), bei dem der Verfahrensdruck unter Atmosphärendruck liegt.

Weiterhin ist eine Vorrichtung bekannt (DE 38 34 740 A1), die ein Nachfüllen von Pulver in eine Niederdruckplasmaspritzanlage/NDPS-Anlage unter Vakuum ermöglicht.

Die beiden zuerst genannten Verfahren sind aber aufwendig, da zunächst die zu beschichtende Fläche mit einem Haftvermittler versehen werden muß, bevor das Targetmaterial aufgebracht werden kann, und da weiterhin die aufgespritzte Targetschicht eine thermische Nachbehandlung erforderlich macht, um eine qualitativ akzeptable Targetschicht zu erhalten. Beide Verfahren werden unter Atmosphärendruck durchgeführt, der wiederum die Oxidation der Spritzschichten fördert, der Reinheit der Spritzschichten entgegenwirkt und somit die Herstellung von befriedigenden Spritzschichten nicht ermöglicht.

Der vorliegenden Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, das Verfahren in der Weise zu verbessern, daß einerseits die Verfahrensschritte — wie Aufbringen des Haftvermittlers und die thermische Nachbehandlung, die bis zu 48 Stunden dauert, — entfallen, was eine immense Zeitersparnis für das Verfahren bedeutet, und andererseits die Werkstoffeigenschaften des aufzutragenden Target spürbar zu erhöhen, was heißt, daß der Sauerstoffgehalt und die Reinheit des Targets bedeutend verbessert werden und das Verfahren auch zum Auftragen von Metallen und Legierungen, wie z. B. Seltene Erden, einsetzbar wird.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß das Niederdruckplasmaspritzen eingesetzt wird und daß in einem ersten Verfahrensschritt Hochvakuum-Bedingungen erzeugt werden und daß ausschließ-

lich sauerstoffbzw. gasarmes Metallpulver oder Pulver metallischer Legierungen, wie z. B. Seltene Erden, als Ausgangswerkstoff verwendet wird.

Mit dem hier beschriebenen Verfahren ist es möglich, ohne eine Haftvermittlerschicht und ohne thermische Nachbehandlung Targetwerkstoffe zu verarbeiten, die entweder als Festkörper hergestellt oder auch auf einen Kathodenkörper — vorzugsweise aus Cu — direkt aufgespritzt werden.

Mit Vorteil weisen diese mit dem NDPS-Verfahren hergestellten Targets hohe Reinheitsgrade auf, die bislang nicht für erreichbar gehalten wurden.

Weitere Einzelheiten und Merkmale sind in den Unteransprüchen näher beschrieben und gekennzeichnet.

Die Erfindung läßt die verschiedensten Ausführungsmöglichkeiten zu; eine davon ist in den anhängenden Zeichnungen näher dargestellt, und zwar zeigen:

Fig. 1 eine Anlage zum Niederdruckplasmaspritzen — bestehend im wesentlichen aus einer Vakuumkammer, einem Pulvervorratsbehälter und einem Vakuumpumpstand mit den Leitungen — in schematischer Darstellung,

Fig. 2 ein Target als Festkörper auf einer Tragplatte im Schnitt und

Fig. 3 ein Target auf einem Kathodenkörper im Schnitt.

Wie Fig. 1 zeigt, ist an einer Vakuumkammer 1 eine Einschleusstation 2 angeordnet, durch die ein zu beschichtendes Bauteil 3 (wie z. B. eine Tragplatte oder ein Kathodenkörper) mittels eines nicht näher definierten Manipulators in die Kammer 1 einbringbar und mit Hilfe einer oberhalb des Bauteils 3 in der Kammer 1 angebrachten, beweglichen Plasmaspritzpistole 4 beschichtbar ist. Die Pistole 4 ist über eine Pulverförderleitung 5 mit einem Pulvervorratsbehälter 6 verbunden, an dem wiederum eine Pulvernachfüllvorrichtung 7 angeschlossen ist. Über die Vakuumsaugleitungen 8, 8' sind die Vakuumkammer 1 und der Pulvervorratsbehälter 6 mit einem Vakuumpumpstand 9 verbunden.

Fig. 2 zeigt eine parallelepipedische Tragplatte 10, z. B. aus Graphit, deren Oberseite eine umlaufende Nut 11, mit vorzugsweise rechteckigem Verlauf, aufweist.

Das Target 12 ist auf den von der Nut 11 umgrenzten, vorzugsweise rechteckigen Teil der Oberfläche der Tragplatte 10 aufgespritzt und nach dem Erstarren von dieser als Festkörper abnehmbar.

Ein Target 13 ist mittels der in Fig. 1 gezeigten Plasmaspritzpistole 4 direkt auf einen Kathodenkörper 14, vorzugsweise aus Cu, fest aufgebracht (Fig. 3).

Das folgende konkrete Ausführungsbeispiel belegt nochmals die mit dem hier beschriebenen Verfahren erreichten Vorteile: Der Sauerstoffgehalt eines einer Seltenerd-Metall-Pulverlegierung GdCoFe hergestellten Targets betrug im Festkörper nach dem Spritzen 373 ppm, bei einem Ausgangswert von 2000 ppm im Pulver vor dem Spritzvorgang.

Einige anlagenspezifische Prozeßparameter wurden wie folgt eingestellt:

1. Für das Gassystem des Plasmas wurden als Primärgas Ar mit 80 – 90 sl/min und als Sekundärgas He mit 26 sl/min eingespeist.

2. Der Abstand von der Düse der Plasmaspritzpistole bis zur Oberfläche des zu beschichtenden Werkstückes betrug 30 cm.

3. Die UI-Kennlinie für den Lichtbogen wurde mit  $U = 45$  V und  $I = 80$  A eingestellt.

4. Der Startdruck in der Vakuumprozeßkammer be-

trug zwischen  $10^{-4}$  und  $10^{-5}$  mbar.

5. Der Arbeitsdruck in der Vakuumprozeßkammer während des Spritzens betrug 55 mbar.

Die Kosten für die Herstellung des Targets nach dem hier beschriebenen Beispiel betragen ca. 50% der Kosten, die nach bislang angewandter schmelzmetallurgischer Verfahren entstehen, und dies noch bei entscheidend verbesserten Werkstoffeigenschaften.

#### Auflistung der Einzelteile

- |  |    |
|--|----|
| 1 Vakuumkammer   |    |
| 2 Einschleusstation                                      |    |
| 3 zu beschichtendes Bauteil (Tragplatte, Kathodenkörper) | 15 |
| 4 Plasmaspritzpistole                                    |    |
| 5 Pulverförderleitung                                    |    |
| 6 Pulvernachfüllvorrichtung                              |    |
| 7 Pulvernachfüllvorrichtung                              |    |
| 8, 8' Vakuumsaugleitung                                  | 20 |
| 9 Vakuumpumpstand  |    |
| 10 Tragplatte, Form                                      |    |
| 11 Nut   |    |
| 12 Target  |    |
| 13 Target  | 25 |
| 14 Kathodenkörper  |    |

#### Patentansprüche

1. Niederdruckplasmaspritzverfahren zum Zwecke der Herstellung und der Reparatur von für die Kathodenzerstäubung geeignete Sputtertargets mit hoher Werkstoffdichte und -reinheit sowie niedrigem Sauerstoff-/Gasgehalt unter Verwendung einer Vakuumkammer (1), einer in dieser angeordneten Plasmaspritzpistole (4) und einer Tragplatte (10) oder eines Kathodenkörpers (14), dadurch gekennzeichnet, daß in einem ersten Verfahrensschritt in der Vakuumkammer (1) ein Hochvakuum erzeugt wird und in einem zweiten Verfahrensschritt der Targetwerkstoff in Gestalt von gasartem Metallpulver mit Hilfe der Plasmaspritzpistole (4) auf die Tragplatte (10) oder auf den Kathodenkörper (14) gespritzt wird, wobei während des Spritzvorgangs ein kontrollierter Druckanstieg bis auf ein Grobvakuum sowie eine weitere Reduktion des Sauerstoffgehaltes im Targetwerkstoff erfolgt.
2. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Targetwerkstoff mittels des Niederdruckplasmaspritzens als Festkörper auf eine vorzugsweise aus Graphit hergestellte Tragplatte (10) oder in eine nicht näher dargestellte Form gespritzt ist.
3. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Targetwerkstoff mittels des Niederdruckplasmaspritzens direkt auf einen Kathodenkörper (14), beispielsweise aus Cu, aufgespritzt wird, wobei das aufgespritzte Metallpulver in Art und Zusammensetzung vom Werkstoff der Kathodenkörpers (14) abweicht.
4. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das beim Niederdruckplasmaspritzen zu verwendende Pulver kugelige Kornform und keine Agglomerate der Pulverkörner, wie z. B. Fäden, Ringe, aufweist.
5. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, daß die Korngröße des Pulvers in einem definierten Bereich, vorzugsweise zwischen 5 und 50  $\mu\text{m}$ , liegt.

6. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Hauptanteil der Korngrößen zwischen 25 und 35  $\mu\text{m}$  liegt.

7. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Sauerstoff- und Stickstoffgehalt des Pulvers vor dem Spritzen in einem definierten Bereich, vorzugsweise je kleiner 250 ppm, liegt.

8. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Pulver bis unmittelbar vor dem Einfüllen in die Pulvernachfüllvorrichtung (7) in Vakuum oder Edelgasverpackungen gelagert wird.

9. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach den Ansprüchen 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Pulver unter Vakuumbedingungen oder Edelgasatmosphäre aus der Verpackung in die Anlage umgefüllt wird.

10. Niederdruckplasmaspritzverfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Prozeß mit kathodischer Schaltung durchgeführt wird.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

FIG.1

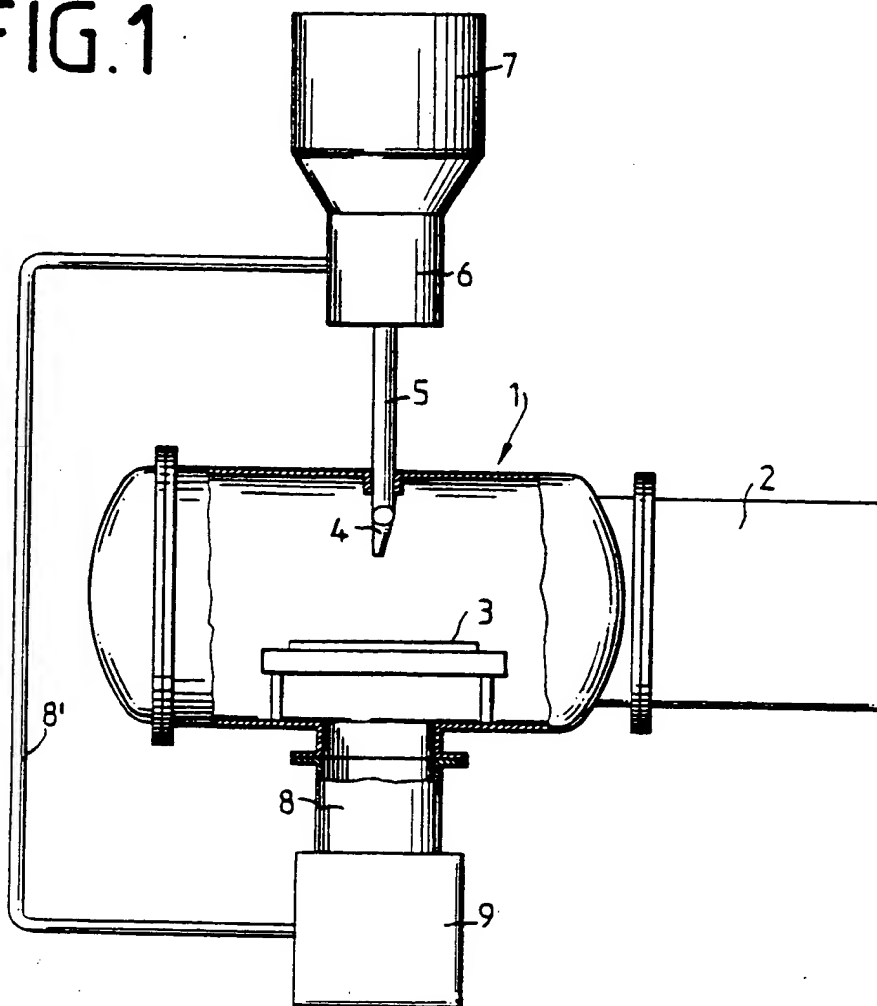


FIG.2

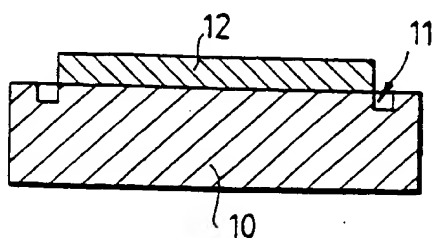


FIG.3

